

## Informationen über das Testmaterial EDS-TM002 und das BAM-Softwarepaket „EDX Spektrometer Test“ zur Bestimmung der Spektrometereigenschaften

### 1. Einleitung

Energiedispersive Röntgenspektrometer (EDS) sind in der Regel ausgereifte Geräte von hoher Betriebszuverlässigkeit. Funktionsstörungen sind eher selten, aber nicht auszuschließen. Ursachen können z. B. schlechte Kontakte zwischen den elektronischen Baugruppen (besonders bei älteren Geräten) oder ein undichtes Strahleintrittsfenster sein. Es ist deshalb zu empfehlen, die Funktion des EDS regelmäßig zu überprüfen. Für ein nach DIN/EN/ISO 17075 „Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien“ akkreditiertes Prüflabor ist eine solche Überprüfung sogar vorgeschrieben (Absatz 5.9).

Üblicherweise besteht die Funktionsprüfung in einer Nachkalibrierung der Energieskala (genau genommen der Kanalbreite des Vielkanalanalysators) über die Position der  $K\alpha$ -Linie von Cu oder Mn und der Quantifizierung einer geeigneten Referenzprobe. Nachteile dieser Vorgehensweise sind

- Linienverbreiterungen, die Fehler in der Elektronik anzeigen, werden nicht mit erfasst.
- Das Ergebnis der Funktionsprüfung hängt von der Wahl der Referenzprobe ab, deren Röntgenspektrum möglicherweise unempfindlich gegenüber Funktionsstörungen ist.
- Eine Vereisung des Detektors wird nur wahrnehmbar, wenn für die Quantifizierung der Referenzprobe auch weiche Röntgenlinien (unterhalb 1 keV) mit herangezogen werden.
- Updates der Quantifizierungssoftware seitens des Herstellers können eine Veränderung der Spektrometereigenschaften vortäuschen.

Die BAM bietet das Testmaterial EDS-TM002 an, dessen Spektrum empfindlich auf Funktionsstörungen des EDS reagiert. Alle notwendigen Messungen für die Funktionskontrolle eines EDS an einem Rasterelektronenmikroskop gemäß ISO 15632:2012 „Microbeam Analysis – Selected instrumental performance parameters for the specification and checking of energy dispersive X-ray spectrometers for use in electron probe microanalysis“ können mit dieser einzigen Probe durchgeführt werden. Sie besteht aus einer ca. 6  $\mu\text{m}$  dicken Schicht, die die Elemente C, Al, Mn, Cu und Zr enthält, auf einem Siliziumsubstrat (s. Abb. 1).

Die Auswertung der Messungen ist prinzipiell mit der von den Spektrometerherstellern angebotenen Software möglich. Sie kann jedoch einfacher und schneller mit der zum EDS-TM002 mit angebotener Software „EDX Spektrometer Test“ durchgeführt werden. Die Software setzt voraus, dass der Detektor ein Dünnschichtfenster besitzt. Sie ist nicht für Detektoren mit Beryllium-Fenster anwendbar.

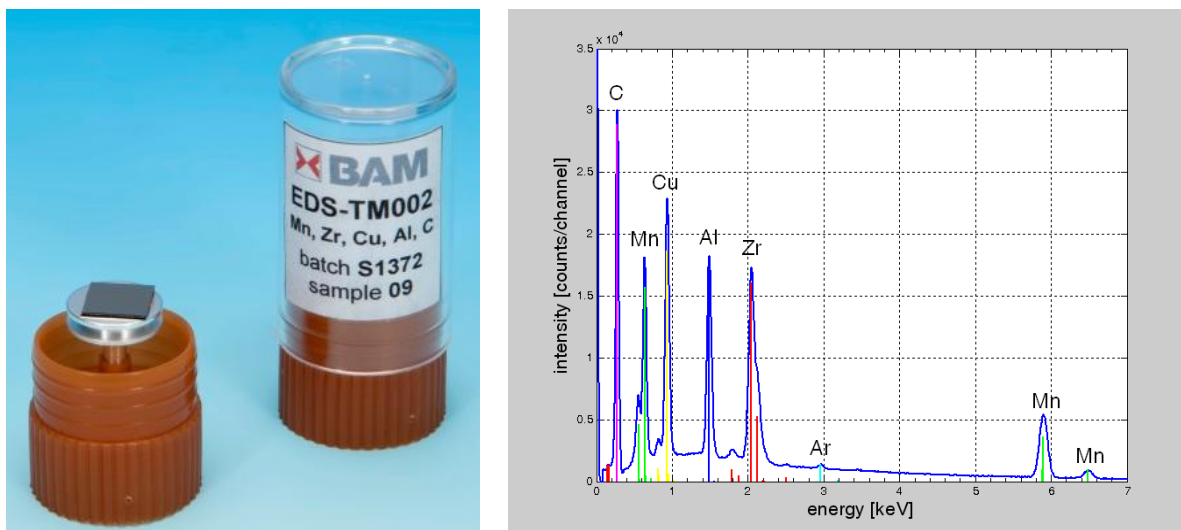


Abb. 1. EDS-TM002 (links) und 10 kV Spektrum (rechts)

## 2. Installation

Auf der CD zum EDS-TM 002 befindet sich das selbstextrahierende Programm

1. *Performance\_V34\_pkg.exe*,

und

2. *MCRInstaller.exe*,

zusammen mit den Info-Files

3. *Installation&Nutzung.pdf*
4. *Installation&Operation.pdf*
5. *Readme.txt*,

sowie

6. einige Beispielspektren.

Die Installation erfolgt in zwei Schritten:

1. Durch Ausführen von *MCRInstaller.exe* wird die *MATLAB Component Runtime* auf *C:\Programme\MATLAB\MATLAB Component Runtime\v78* installiert. Die Installation erfordert Administratorrechte auf dem entsprechenden PC. Nach der Installation sollte man sich vergewissern, dass auch die *PATH environment variable* entsprechend ergänzt wurde (siehe Hinweise in *Readme.txt*). *MATLAB Component Runtime* kann, wenn nicht mehr benötigt, wie jede andere *Windows*-Anwendung wieder deinstalliert werden.
2. Kopieren von *Performance\_pkg.exe* auf ein zu wählendes Nutzerverzeichnis und Entpacken durch Anklicken im *Explorer*. Es wird die Datei *Performance\_V34.exe* erzeugt. Hierfür sind keine Administratorrechte notwendig.

Bei der Installation einer neuen Programmversion ist nur Schritt 2 erforderlich.

### 3. Programmaufruf und -einrichtung

Durch Doppelklick auf *Performance.exe* startet das Programm „*EDX Spektrometer Test*“. Während das Archiv-File extrahiert wird, erscheint das DOS-Fenster auf dem Bildschirm. Dieses kann je nach Geschwindigkeit des Rechners einige Sekunden dauern. Danach öffnet sich die Benutzeroberfläche (Abb. 2). Die Extraktion wird jedes Mal durchgeführt, wenn der Rechner neu gestartet wird.

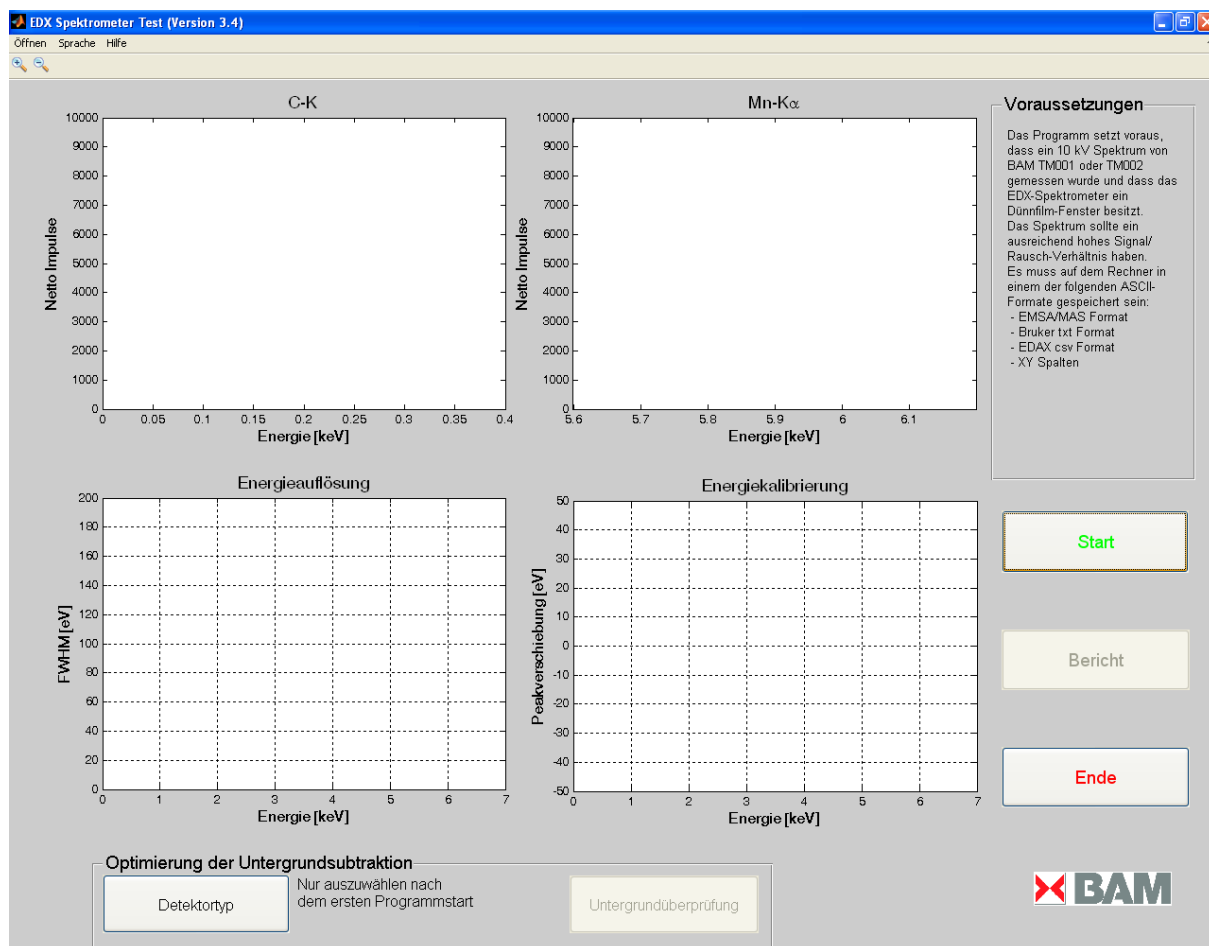


Abb. 2. Benutzeroberfläche nach Programmstart

Weil das Programm eine physikalische Untergrundsubtraktion durchführt, müssen Probenzusammensetzung und Spektrometereffizienz bekannt sein. Die Probenzusammensetzung ist mit dem Programm vorgegeben. Für die Festlegung der Spektrometereffizienz ist vor der erstmaligen Benutzung der Detektortyp (Si(Li) mit Ni-Frontkontakt für *EDAX „Sapphire“* und *Oxford „Pentafet“*, Si(Li) mit Au-Kontakt für *Thermo-Noran „Pioneer“*, SDD für *Bruker „XFlash“* usw.) auszuwählen. Bei Anklicken des Feldes „Detektortyp“ öffnet sich ein Fenster für die entsprechende Auswahl (s. Abb. 3).

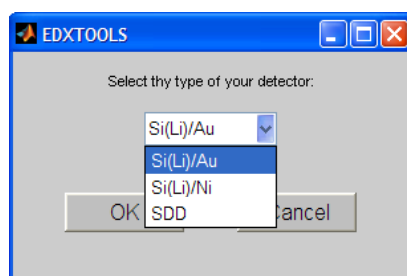


Abb. 3. Auswahl des Detektortyps. Es öffnet sich durch Klick auf das Feld „Detektortyp“

## 4. Programmnutzung

Der erste Schritt der Funktionsprüfung sollte eine Kalibrierung der Energieskala sein. Das EDS-TM002 ist dazu in das REM einzusetzen und auf den vom Gerätehersteller vorgegebenen Arbeitsabstand zu positionieren. Die Kalibrierung der Energieskala muss mit der entsprechenden Software des Spektrometers durchgeführt werden. Als am Rasterelektronenmikroskop einzustellende Hochspannung wird 20 kV bei einer Kalibrierung auf Mn-K $\alpha$  empfohlen.

Der zweite Schritt besteht in der Aufnahme des Spektrums des EDS-TM002 **bei 10 kV, der längsten Formungszeit** und dessen Abspeicherung in einem Textformat. Die Voreinstellung ist das EMSA/MAS-Format (ISO 22029), wofür Spektrometer von Bruker/Röntec, Oxford, SAMx und Thermo-Noran ein Exportfilter besitzen. Andere Dateiformate wie \*.txt von Bruker oder \*.csv für Spektrometer von EDAX werden auch akzeptiert. Das Spektrum sollte so lange akkumuliert werden, bis die Höhe des C-K Peaks ca. 10.000 Impulse beträgt.

Der dritte Schritt ist die Auswertung des Spektrums. Sie erfolgt durch die Software, sobald das Spektrum eingelesen ist (Abb. 4)

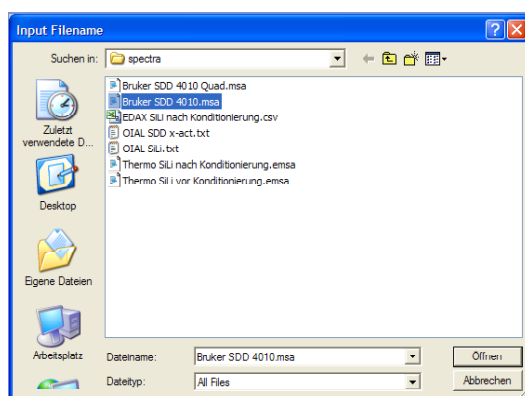


Abb. 4. Einlesen des Spektrums durch Klick auf eines der Felder innerhalb des Rahmens „Öffnen“

Das BAM-Programm zur Funktionskontrolle gibt in den oberen beiden Diagrammen die Halbwertsbreiten von C-K und Mn-K $\alpha$  an (s. Abb. 5). Sie sind mit den Spezifikationen des Herstellers zu vergleichen. Außerdem wird das Mn-L $\alpha$ /Mn-K $\alpha$  Intensitätsverhältnis als Indikator für eine mögliche Detektorvereisung angegeben. Bei sich ständig verringernden Werten des Mn-L $\alpha$ /Mn-K $\alpha$  Intensitätsverhältnisses sollte unbedingt der Service kontaktiert werden. Typische Werte des Mn-L $\alpha$ /Mn-K $\alpha$  Intensitätsverhältnisses für nicht kontaminierte Detektoren in der typischen Anordnung von 0° Kippwinkel und 35° EDS-Port sind:

Detektortyp	Mn-L $\alpha$ /Mn-K $\alpha$
SDD, Chiphersteller #1	1,1 $\pm$ 0,1
SDD, Chiphersteller #2	1,4 $\pm$ 0,1
Si(Li) mit Au-Frontkontakt	0,8 $\pm$ 0,1
Si(Li) mit Ni-Frontkontakt	1,3 $\pm$ 0,1

Das linke untere Diagramm zeigt die Spektrometerauflösung in Abhängigkeit von der Energie der Röntgenstrahlung. Die blaue, durchgezogene Linie wurde aus der Halbwertsbreite von Mn-K $\alpha$  berechnet. Die Punkte sind die Halbwertsbreiten der Linien im Spektrum. Es sollte eine hinlängliche Übereinstimmung bestehen. Wenn Spektren vom EDS-TM002 bei verschiedenen Formungszeiten gemessen werden, lässt sich aus den unteren linken Diagrammen die Abhängigkeit der Spektrometer-Energieauflösung von der gewählten Formungszeit feststellen.

Das rechte untere Diagramm zeigt den Status der Energiekalibrierung an. Wenn alle Messpunkte innerhalb des grün markierten Bereiches liegen, ist die im ersten Schritt durchgeführte Kalibrierung erfolgreich gewesen.

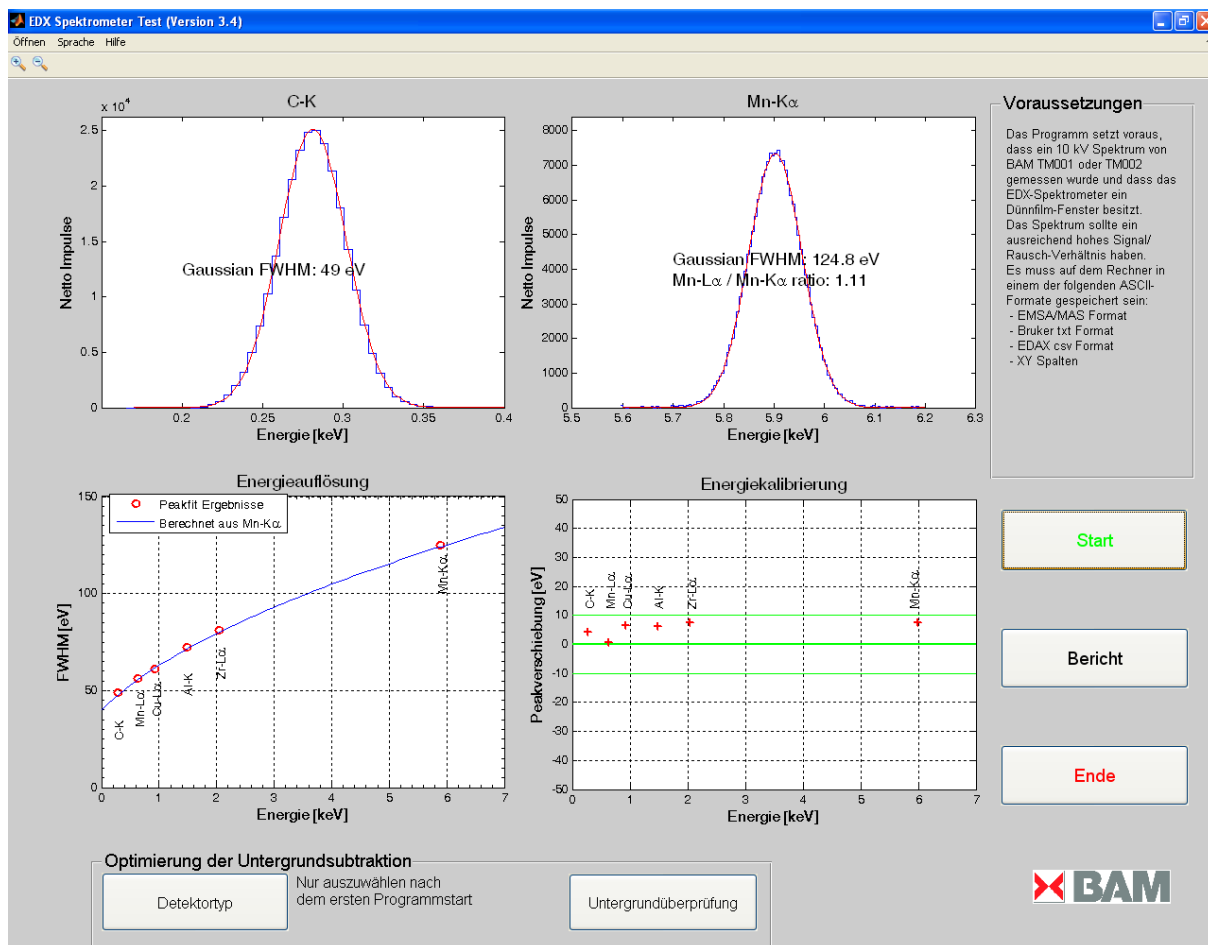


Abb. 5. Ergebnis der Funktionskontrolle

Ein Klick auf das Feld "Untergrundüberprüfung" bietet die Möglichkeit, die vom Programm durchgeführte Untergrundsubtraktion zu überprüfen (Abb. 6).

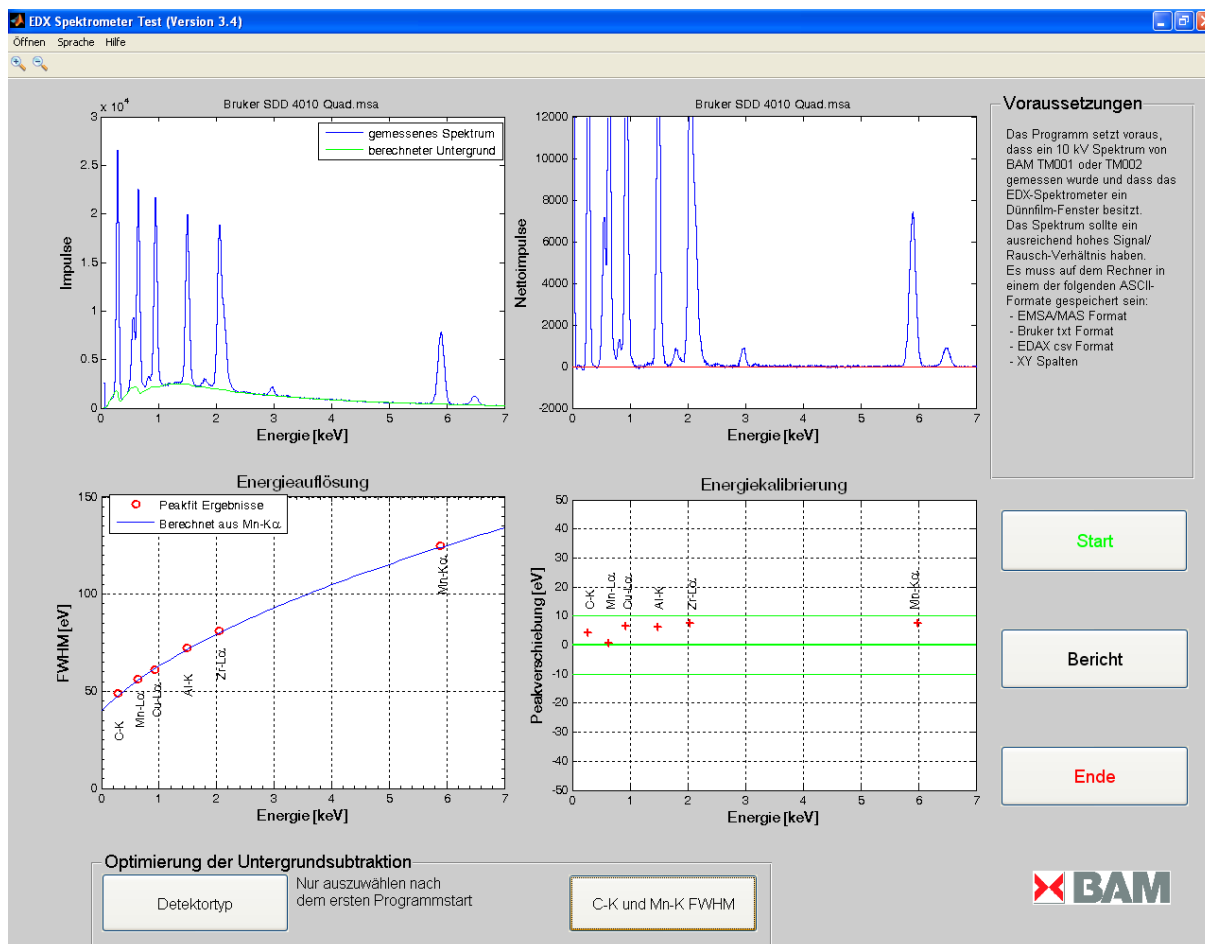


Abb. 6. Überprüfung der Untergrundsubtraktion

Das linke obere Diagramm zeigt das gemessene Spektrum (blau) mit dem berechneten Untergrund (grün). Rechtsseitig ist das Spektrum nach Untergrundsubtraktion dargestellt. Unterschreitungen der roten Nulllinie sollten innerhalb des Rauschpegels liegen.

Der vierte und letzte Schritt ist die Protokollierung und Archivierung der Ergebnisse der Funktionskontrolle. Beim Klick auf das Feld „Bericht“ öffnet sich ein Fenster, in dem nach Dateiname und Pfad des Ergebnisprotokolls gefragt wird. Zulässige Dateiformate sind \*.txt und \*.rtf.

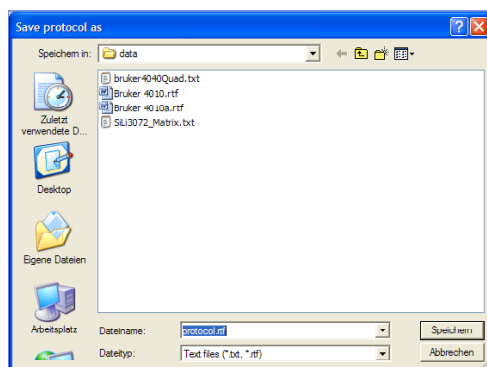


Abb. 7. Abspeichern der Ergebnisse der Funktionskontrolle als *protocol.rtf*

Gleichzeitig mit dem Abspeichern der Daten in einem Textfile (im Beispiel der Abb. 7 *protocol.rtf*) wird das Ergebnis auch graphisch als *protocol.png* dokumentiert. Außerdem werden die vier Diagramme in die Zwischenablage des Rechners kopiert. Öffnet man *protocol.rtf* mit *Microsoft Office*, wird in der Regel der rtf-File in einen doc-File konvertiert, in den sich dann aus der Zwischenablage die Grafik einfügen lässt. So hat man Text und Grafik in einem einzigen Dokument (s. Beispiel nächste Seite).

Durch Klick auf das Feld „Ende“ wird das Programm „EDX Spektrometer Test“ beendet.

## Protokollbeispiel „protocol.doc“:

Protocol performance check, Date: 27-Jan-2013

\*\*\*\*\*

Filename: Bruker SDD 4010 Quad.msa

FWHM Mn-Ka : 124.77 eV  
 Position Mn-Ka : 5.902 keV  
 Shift Mn-Ka: 7.47 eV  
 Intensity Mn-Ka : 1.950281e+005 counts

FWHM C-K : 48.97 eV  
 Position C-K : 0.281 keV  
 Shift C-K : 4.12 eV  
 Intensity C-K : 2.617881e+005 counts

Mn-La/Mn-Ka: 1.11

